

*HS***IN THE UNITED STATES PATENT AND TRADEMARK OFFICE**

IN RE APPLICATION OF: Veronique GUILLOU et al.

GAU:

SERIAL NO: NEW APPLICATION

EXAMINER:

FILED: HEREWITH

FOR: FOAMING COSMETIC CREAM

jc903 U.S. PRO  
09/086216  
06/22/01


**REQUEST FOR PRIORITY**ASSISTANT COMMISSIONER FOR PATENTS  
WASHINGTON, D.C. 20231

SIR:

- Full benefit of the filing date of U.S. Application Serial Number, filed, is claimed pursuant to the provisions of 35 U.S.C. §120.
- Full benefit of the filing date of U.S. Provisional Application Serial Number, filed, is claimed pursuant to the provisions of 35 U.S.C. §119(e).
- Applicants claim any right to priority from any earlier filed applications to which they may be entitled pursuant to the provisions of 35 U.S.C. §119, as noted below.

In the matter of the above-identified application for patent, notice is hereby given that the applicants claim as priority:

<u>COUNTRY</u>	<u>APPLICATION NUMBER</u>	<u>MONTH/DAY/YEAR</u>
FRANCE	0008085	JUNE 23, 2000

Certified copies of the corresponding Convention Application(s)

- are submitted herewith
- will be submitted prior to payment of the Final Fee
- were filed in prior application Serial No. filed
- were submitted to the International Bureau in PCT Application Number .  
Receipt of the certified copies by the International Bureau in a timely manner under PCT Rule 17.1(a) has been acknowledged as evidenced by the attached PCT/IB/304.
- (A) Application Serial No.(s) were filed in prior application Serial No. filed ; and  
(B) Application Serial No.(s)
  - are submitted herewith
  - will be submitted prior to payment of the Final Fee

Respectfully Submitted,

OBLON, SPIVAK, McCLELLAND,  
MAIER & NEUSTADT, P.C.*Charu Narang Moody*Norman F. Oblon  
Registration No. 24,618Charu Narang Moody  
Registration No. 44,963**22850**Tel. (703) 413-3000  
Fax. (703) 413-2220  
(OSMMN 10/98)





(7)



# BREVET D'INVENTION

## CERTIFICAT D'UTILITÉ - CERTIFICAT D'ADDITION

### COPIE OFFICIELLE

Le Directeur général de l'Institut national de la propriété industrielle certifie que le document ci-annexé est la copie certifiée conforme d'une demande de titre de propriété industrielle déposée à l'Institut.

Fait à Paris, le 12 AVR. 2001

Pour le Directeur général de l'Institut national de la propriété industrielle  
Le Chef du Département des brevets

Martine PLANCHE

INSTITUT  
NATIONAL DE  
LA PROPRIETE  
INDUSTRIELLE

SIEGE  
26 bis, rue de Saint Petersbourg  
75800 PARIS cedex 08  
Téléphone : 01 53 04 53 04  
Télécopie : 01 42 93 59 30  
<http://www.inpi.fr>



REQUÊTE EN DÉLIVRANCE 1/2

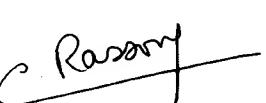
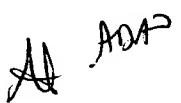
Cet imprimé est à remplir lisiblement à l'encre noire

DB 540 W /260899

<p>REMISSION DES PIÈCES DATE 25 JUIN 2000</p> <p>REçUE PAR L'INPI</p> <p>75 INPI PARIS</p> <p>LIEU</p> <p>N° D'ENREGISTREMENT 0008085</p> <p>NATIONAL ATTRIBUÉ PAR L'INPI</p> <p>DATE DE DÉPÔT ATTRIBUÉE PAR L'INPI 23 JUIN 2000</p>		<p><b>1</b> NOM ET ADRESSE DU DEMANDEUR OU DU MANDATAIRE À QUI LA CORRESPONDANCE DOIT ÊTRE ADRESSÉE</p> <p>L'OREAL - D.P.I Catherine RASSON 6 rue Bertrand Sincholle 92585 CLICHY CEDEX FRANCE</p>																																															
<p><b>2</b> Confirmation d'un dépôt par télécopie <input type="checkbox"/> N° attribué par l'INPI à la télécopie</p> <p><b>2</b> NATURE DE LA DEMANDE <input type="checkbox"/> Cochez l'une des 4 cases suivantes</p> <p>Demande de brevet <input checked="" type="checkbox"/></p> <p>Demande de certificat d'utilité <input type="checkbox"/></p> <p>Demande divisionnaire <input type="checkbox"/></p> <p><i>Demande de brevet initiale</i> N° Date: ___ / ___ / ___ <i>ou demande de certificat d'utilité initiale</i> N° Date: ___ / ___ / ___</p> <p>Transformation d'une demande de brevet européen <i>Demande de brevet initiale</i> N° Date: ___ / ___ / ___</p>																																																	
<p><b>3</b> TITRE DE L'INVENTION (200 caractères ou espaces maximum)</p> <p>Crème cosmétique moussante</p>																																																	
<p><b>4</b> DÉCLARATION DE PRIORITÉ OU REQUÊTE DU BÉNÉFICE DE LA DATE DE DÉPÔT D'UNE DEMANDE ANTÉRIEURE FRANÇAISE</p> <p>Pays ou organisation Date ___ / ___ / ___ N°</p> <p>Pays ou organisation Date ___ / ___ / ___ N°</p> <p>Pays ou organisation Date ___ / ___ / ___ N°</p> <p><input type="checkbox"/> S'il y a d'autres priorités, cochez la case et utilisez l'imprimé «Suite»</p>																																																	
<p><b>5</b> DEMANDEUR</p> <p><input type="checkbox"/> S'il y a d'autres demandeurs, cochez la case et utilisez l'imprimé «Suite»</p> <table border="1"> <tr> <td colspan="2">Nom ou dénomination sociale</td> <td colspan="2">L'OREAL</td> </tr> <tr> <td colspan="2">Prénoms</td> <td colspan="2"></td> </tr> <tr> <td colspan="2">Forme juridique</td> <td colspan="2">S.A</td> </tr> <tr> <td colspan="2">N° SIREN</td> <td colspan="2"></td> </tr> <tr> <td colspan="2">Code APE-NAF</td> <td colspan="2"></td> </tr> <tr> <td rowspan="2">Adresse</td> <td colspan="2">Rue</td> <td>14 rue Royale</td> </tr> <tr> <td colspan="2">Code postal et ville</td> <td>75008 PARIS</td> </tr> <tr> <td colspan="2">Pays</td> <td colspan="2">FRANCE</td> </tr> <tr> <td colspan="2">Nationalité</td> <td colspan="2">française</td> </tr> <tr> <td colspan="2">N° de téléphone (facultatif)</td> <td colspan="2">01 47 56 81 56</td> </tr> <tr> <td colspan="2">N° de télécopie (facultatif)</td> <td colspan="2">01 47 56 73 88</td> </tr> <tr> <td colspan="2">Adresse électronique (facultatif)</td> <td colspan="2"></td> </tr> </table>			Nom ou dénomination sociale		L'OREAL		Prénoms				Forme juridique		S.A		N° SIREN				Code APE-NAF				Adresse	Rue		14 rue Royale	Code postal et ville		75008 PARIS	Pays		FRANCE		Nationalité		française		N° de téléphone (facultatif)		01 47 56 81 56		N° de télécopie (facultatif)		01 47 56 73 88		Adresse électronique (facultatif)			
Nom ou dénomination sociale		L'OREAL																																															
Prénoms																																																	
Forme juridique		S.A																																															
N° SIREN																																																	
Code APE-NAF																																																	
Adresse	Rue		14 rue Royale																																														
	Code postal et ville		75008 PARIS																																														
Pays		FRANCE																																															
Nationalité		française																																															
N° de téléphone (facultatif)		01 47 56 81 56																																															
N° de télécopie (facultatif)		01 47 56 73 88																																															
Adresse électronique (facultatif)																																																	

**BREVET D'INVENTION  
CERTIFICAT D'UTILITÉ**

REQUÊTE EN DÉLIVRANCE 2/2

REPRISE DES PIÈCES DATE 75 INPI PARIS		DU 20/06/2000 à l'INPI
LIEU	0008085	
N° D'ENREGISTREMENT NATIONAL ATTRIBUÉ PAR L'INPI	DB 540 W /260899	
Vos références pour ce dossier : (facultatif)		OA00147/CR
<b>6 MANDATAIRE</b>		
Nom		RASSON
Prénom		Catherine
Cabinet ou Société		L'OREAL
N °de pouvoir permanent et/ou de lien contractuel		
Adresse	Rue	6 rue Bertrand Sincholle
	Code postal et ville	92585 CLICHY
N° de téléphone (facultatif)		01 47 56 81 56
N° de télécopie (facultatif)		01 47 56 73 88
Adresse électronique (facultatif)		
<b>7 INVENTEUR (S)</b>		
Les inventeurs sont les demandeurs		<input checked="" type="checkbox"/> Oui <input checked="" type="checkbox"/> Non <b>Dans ce cas fournir une désignation d'inventeur(s) séparée</b>
<b>8 RAPPORT DE RECHERCHE</b>		
Établissement immédiat ou établissement différé		<input checked="" type="checkbox"/> <input type="checkbox"/>
Paiement échelonné de la redevance		<b>Paiement en trois versements, uniquement pour les personnes physiques</b> <input type="checkbox"/> Oui <input checked="" type="checkbox"/> Non
<b>RÉDUCTION DU TAUX DES REDEVANCES</b>		<b>Uniquement pour les personnes physiques</b> <input type="checkbox"/> Requise pour la première fois pour cette invention (joindre un avis de non-imposition) <input type="checkbox"/> Requise antérieurement à ce dépôt (joindre une copie de la décision d'admission pour cette invention ou indiquer sa référence):
Si vous avez utilisé l'imprimé «Suite», indiquez le nombre de pages jointes		
<b>10 SIGNATURE DU DEMANDEUR OU DU MANDATAIRE</b> (Nom et qualité du signataire)		
23/06/00 Catherine RASSON		<b>VISA DE LA PRÉFECTURE OU DE L'INPI</b> 

La loi n°78-17 du 6 janvier 1978 relative à l'informatique, aux fichiers et aux libertés s'applique aux réponses faites à ce formulaire. Elle garantit un droit d'accès et de rectification pour les données vous concernant auprès de l'INPI.

# BREVET D'INVENTION

## CERTIFICAT D'UTILITÉ

Code de la propriété intellectuelle - Livre VI

DÉSIGNATION D'INVENTEUR(S) Page N° ... / ...

(Si le demandeur n'est pas l'inventeur ou l'unique inventeur)

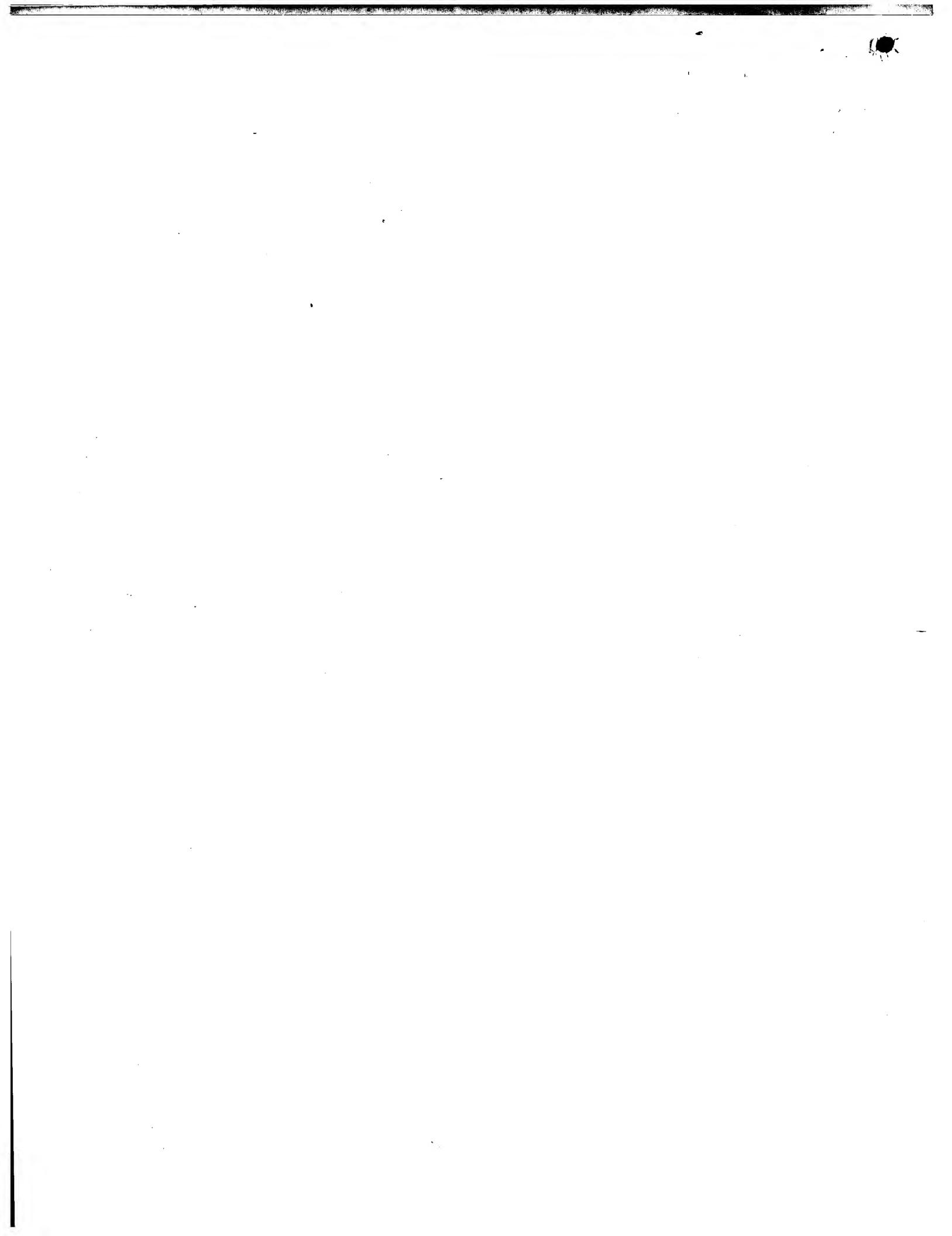
Cet imprimé est à remplir lisiblement à l'encre noire

DB 113 W /260899

### DÉPARTEMENT DES BREVETS

26 bis, rue de Saint Pétersbourg  
75800 Paris Cedex 08  
Téléphone : 01 53 04 53 04 Télécopie : 01 42 93 59 30

<b>Vos références pour ce dossier ( facultatif )</b>		OA00147/CR	
<b>N° D'ENREGISTREMENT NATIONAL</b>		<i>000 8081</i>	
<b>TITRE DE L'INVENTION</b> (200 caractères ou espaces maximum)			
Crème cosmétique moussante			
<b>LE(S) DEMANDEUR(S) :</b>			
L'OREAL 14 rue Royale 75008 PARIS FRANCE			
<b>DESIGNE(NT) EN TANT QU'INVENTEUR(S) :</b> (Indiquez en haut à droite «Page N° 1/1» S'il y a plus de trois inventeurs, utilisez un formulaire identique et numérotez chaque page en indiquant le nombre total de pages).			
Nom		GUILLOU	
Prénoms		Véronique	
Adresse	Rue	2 Chemin du Pont aux anes	
	Code postal et ville	92160	ANTONY
Société d'appartenance ( facultatif )			
Nom		MORANCAIS	
Prénoms		Jean-Luc	
Adresse	Rue	11 rue Georges Brassens	
	Code postal et ville	77330	OZOIR LA FERRIERE
Société d'appartenance ( facultatif )			
Nom			
Prénoms			
Adresse	Rue		
	Code postal et ville		
Société d'appartenance ( facultatif )			
<b>DATE ET SIGNATURE(S)</b> <b>DU (DES) DEMANDEUR(S)</b> <b>OU DU MANDATAIRE</b> <b>(Nom et qualité du signataire)</b> LE 23/06/00		<i>C. Rasson</i>	
Catherine RASSON			



La présente invention a trait à une composition moussante rinçable constituant une crème pour application topique, contenant un système tensioactif particulier et présentant une bonne stabilité physique jusqu'à au moins 45°C, ainsi qu'à leur 5 utilisation dans les domaines cosmétique ou dermatologique, notamment comme produits de nettoyage ou de démaquillage de la peau, du cuir chevelu et/ou des cheveux.

Le nettoyage de la peau est très important pour le soin du visage. Il doit être le 10 plus performant possible car les résidus gras tels que l'excès de sébum, les restes des produits cosmétiques utilisés quotidiennement et les produits de maquillage notamment les produits « waterproof » résistants à l'eau, s'accumulent dans les replis cutanés et peuvent obstruer les pores de la peau et entraîner l'apparition de boutons.

15 On connaît plusieurs grands types de produits de nettoyage de la peau : les lotions et gels aqueux détergents moussants, les huiles et gels anhydres nettoyants rinçables et les crèmes moussantes.

20 Les huiles et gels anhydres rinçables ont une action nettoyante grâce aux huiles contenues dans ces formulations. Ces huiles permettent la solubilisation des résidus gras et la dispersion des pigments de maquillage. Ces produits sont efficaces et bien tolérés. Ils présentent l'inconvénient d'être lourds, de ne pas mousser et de ne pas conférer de sensation de fraîcheur à l'application, ce qui est 25 pénalisant d'un point de vue cosmétique.

Par ailleurs, les lotions et gels aqueux détergents moussants ont une action nettoyante grâce aux tensioactifs qui mettent en suspension les résidus gras et 30 les pigments des produits de maquillage. Ils sont efficaces et agréables à utiliser du fait qu'ils moussent et qu'ils sont facilement éliminés. Toutefois, les lotions sont généralement assez fluides, ce qui rend leur manipulation parfois délicate, et il est difficile d'épaissir les gels tout en gardant de bonnes propriétés moussantes.

35 Pour obtenir de bonnes performances moussantes tout en ayant une composition épaisse, on a cherché à préparer des crèmes moussantes. Toutefois, les crèmes moussantes présentent l'inconvénient d'être souvent instables à chaud.

On entend ici par « crèmes moussantes » des compositions opaques, visqueuses, souvent commercialisées en tube et constituées généralement d'un milieu aqueux 40 contenant un mélange de tensioactifs tels que les sels d'acides gras (savons) ou les tensioactifs synthétiques anioniques, non ioniques, amphotères, et d'autres additifs tels que par exemple des polymères, des polyols, des charges.

45 Ces crèmes destinées en particulier au nettoyage de la peau développent de la mousse quand elles sont mélangées avec de l'eau. Elles peuvent être utilisées de deux façons :

- o la première utilisation consiste à étaler la crème dans les mains, à l'appliquer sur le visage ou sur le corps puis à la masser en présence d'eau pour développer la mousse directement sur le visage ou le corps.
- o l'autre utilisation possible de ce type de produit consiste à développer la mousse dans les paumes des mains avant d'être appliquée sur le visage ou le corps.

5 Dans les deux cas, la mousse est ensuite rincée.

La plupart des crèmes moussantes actuellement disponibles dans le commerce  
10 sont instables au-dessus de 40°C. Cela signifie que, si elles sont entreposées quelques jours à cette température, elles présentent une démixtion macroscopique, aboutissant à une séparation en au moins deux phases. Les crèmes ainsi demixées à une température nettement supérieure à la température ambiante se révèlent hétérogènes après retour à la température ambiante et donc  
15 inutilisables du fait de la dégradation de la texture et des propriétés moussantes. On entend ici par température ambiante une température tempérée, c'est-à-dire d'environ 20 à 25°C.

Or, il est indispensable que ce type de produit soit stable sur une large plage de  
20 températures. En effet, au cours de sa vie, le produit peut être exposé à des températures allant de -20°C à +45°C minimum selon les conditions de climat, de stockage et/ou de transport. Par exemple, il faut qu'une crème transportée dans une voiture qui risque de rester longtemps sous le soleil, c'est-à-dire à une température atteignant facilement 50°C conserve sa stabilité. Il faut aussi que ces  
25 crèmes moussantes puissent être utilisées dans les pays chauds sans que leur transport et leur conservation ne posent de problème.

Il est bien connu qu'il est possible d'empêcher cette séparation de phases d'une crème moussante en augmentant, par addition de polymères ou de charges, la  
30 consistance du produit soumis à des températures de +40° à +45°C. Toutefois, dans ce cas, le produit devient très rigide à température ambiante tempérée et ne correspond plus aux propriétés recherchées pour l'application sur la peau, et notamment il devient difficile de le mélanger à l'eau et de le faire mousser.

35 Il subsiste donc le besoin d'une crème moussante, stable jusqu'à au moins 45°C, dont l'aspect de crème soit maintenu à température ambiante même après passage à une température plus élevée et ayant de bonnes caractéristiques de moussage.

40 La demanderesse a découvert de manière surprenante qu'on pouvait atteindre le but de l'invention et obtenir une composition moussante se présentant sous forme d'une crème et ayant une bonne stabilité, même à des températures de +40 - +45°C, en utilisant un système tensioactif tel qu'au moins une phase paracristalline de type hexagonale directe ou cubique apparaisse quand ladite composition est chauffée à une température supérieure à 30°C et que cette phase paracristalline reste présente jusqu'à au moins 45°C.

Pour obtenir la stabilité requise, on préfère que la phase paracristalline formée (ou cristal liquide) soit du type phase hexagonale directe. Il n'est pas nécessaire que cette phase paracristalline soit présente à température ambiante mais elle doit impérativement apparaître au delà d'une température comprise entre 30°C et 5 45°C.

Les crèmes moussantes, qui ne présentent pas une organisation de phases, telle que citée ci-dessus, ne sont généralement pas stables à 45°C. A cette température, elles subissent une démixtion macroscopique entre au moins deux 10 phases et elles sont ensuite inappropriées à l'utilisation recherchée quand elles sont de nouveau à la température ambiante.

Ainsi, la présente demande a pour objet une composition moussante pour application topique, contenant dans un milieu aqueux, un système tensioactif tel 15 qu'au moins une phase paracristalline de type hexagonale directe et/ou cubique apparaisse quand la température augmente au-delà de 30°C et que cette phase paracristalline reste présente jusqu'à au moins 45°C.

La ou les phases paracristallines présentes au-delà de +30°C peuvent être de 20 type hexagonale directe ou cubique, ou être un mélange de ces deux phases ou un mélange d'une de ces phases ou de ces deux phases avec une phase de type lamellaire. La ou les phase(s) paracristalline(s) comporte(nt) de préférence au moins une phase hexagonale directe.

25 On donne dans la présente demande aux termes de phase lamellaire, phase hexagonale directe et phase cubique, les sens que leur donne habituellement l'homme du métier.

Ainsi, on entend par phase lamellaire (phase D selon EKWALL, voir *Advances in 30 Liquid Crystals*, vol. 1, page 1-143, Acad. Press, 1975, Ed. G.H. Brown), une phase cristal liquide à symétrie plane, comprenant plusieurs bicouches d'amphiphile disposées en parallèle et séparées par un milieu liquide qui est généralement de l'eau.

35 On entend par phase hexagonale directe (phase F selon EKWALL, voir *Advances in Liquid Crystals*, vol. 1, page 1-143, Acad. Press, 1975, Ed. G.H. Brown), une phase cristal liquide correspondant à une arrangement hexagonal de cylindres parallèles constitués d'un amphiphile et séparés par un milieu liquide qui est généralement de l'eau. Dans une phase hexagonale directe, le milieu continu est 40 aqueux.

45 On entend par phase cubique, une phase organisée d'une manière bi-polaire en domaines hydrophile et lipophile distincts, en contact étroit et formant un réseau tridimensionnel à symétrie cubique thermodynamiquement stable. Une telle organisation a été notamment décrite dans "La Recherche", Vol.23, pp.306-315, Mars 1992 et dans "Lipid Technology", Vol.2, n°2, pp.42-45, Avril 1990. Selon l'arrangement des domaines hydrophile et lipophile, la phase cubique est dite de

type normal ou inverse. Le terme de phase cubique utilisé selon la présente invention regroupe bien entendu les différents types de phases cubiques.

5 Une description plus précise de ces phases peut être trouvée dans la Revue Française des Corps Gras, n°2, Février 1969, p 87 à 111, (Lachampt et Vila, « Textures des phases paracristallines »).

10 Pour identifier les phases constitutives de la crème, on peut utiliser différentes techniques, et notamment (1) les mesures par diffraction des rayons-X aux petits angles et aux grands angles et (2) l'observation par microscopie optique en lumière polarisée.

#### Technique de diffraction des rayons-X

15 La technique de diffraction des rayons-X est connue comme étant l'une des plus pertinentes pour mettre en évidence les organisations de phases paracristallines, en particulier au sein d'un échantillon. Les mesures par diffraction des rayons X peuvent être effectuées à l'aide d'un générateur CGR Sigma 2060 équipé d'un tube Inel à anticathode Cu et d'une chambre à focalisation linéaire montée en transmission symétrique. Les échantillons sont introduits à température ambiante 20 dans une cellule de mesure obturée par des fenêtres en Mylar ou en Capton et placée dans un porte-échantillon thermorégulé.

25 Les spectres de diffraction obtenus avec une longueur d'onde  $\lambda = 1,54$  Angströms (Raie  $K\alpha$  du cuivre) sont enregistrés à l'aide d'un écran photostimulable au phosphore scanné par un module de balayage laser Molecular Dynamics PhosphorImager PSI. La distance détecteur / échantillon est réglée à 133 mm ce qui donne accès à des distances réticulaires comprises entre environ 3 et 110 Angströms. Les spectres sont enregistrés à différentes températures fixes.

30 Avec cette technique, les phases paracristallines sont caractérisées par la présence, aux petits angles de diffraction, d'une série de plusieurs raies fines dues à des réflections de Bragg et correspondant à des distances :  $d_1, d_2, \dots, d_n$  avec des rapports de distance  $d_1/d_1, d_1/d_2, \dots, d_1/d_n$  qui sont caractéristiques de chaque type de phases, comme indiqué par exemple dans « La structure des colloïdes d'association, I. Les phases liquides cristallines des systèmes amphiphile-eau », V. Luzzati, H. Mustachi, A. Skoulios et F. Husson, *Acta Cryst.* (1960), 13, 660-667 ou dans *Biochimica et Biophysica Acta* (1990), 1031, p. 1 à 69, de J.M. Seddon. Ainsi, pour une phase de structure lamellaire et en particulier pour la phase paracristalline de type lamellaire fluide généralement désignée par  $L\alpha$  et encore appellée phase lisse (« neat phase »), les rapports de distance sont égaux à : 1, 2, 3, 4, ..... Pour la phase paracristalline de type hexagonal directe généralement désignée par  $H1$  ou  $E$  et encore appellée phase médian (« middle phase »), les rapports de distance sont égaux à : 1,  $\sqrt{3}$ , 2,  $\sqrt{7}$ , .... Aux grands angles de diffraction, les phases paracristallines présentent une bande centrée 35 sur une distance de l'ordre de 4,5 Angströms tandis que les phases cristallines conduisent à des raies fines.

40

45

### Observations par microscopie optique

Les observations par microscopie optique en lumière polarisée contribuent également à l'identification des phases paracristallines, en particulier lorsque le nombre de raies observées par diffraction des Rayons-X est insuffisant pour établir sans ambiguïté la nature des phases paracristallines en présence.

Les observations de microscopie optique en lumière polarisée sont effectuées par exemple à l'aide d'un microscope LABORLUX S (LEITZ) équipé d'un objectif de grossissement 10, d'un système de polariseurs croisés et d'une platine chauffante (METTLER FP80/FP82). L'échantillon est déposé entre lame et lamelle pour microscope, recouvert par une seconde lame et scellement de l'ensemble par l'intermédiaire d'un joint de parafilm. Les observations sont effectuées à diverses températures fixes ou en balayage de température à 2°C/min entre la température ambiante et environ 95°C.

Il est connu par exemple que les solutions micellaires isotropes sont non biréfringentes, que les phases paracristallines de type cubique sont également non biréfringentes et que les phases paracristallines de type lamellaire fluide, hexagonal directe ou inverse présentent en lumière polarisée diverses textures caractéristiques décrites par exemple dans « Textures des phases paracristallines rencontrées dans les diagrammes d'équilibre : agents de surface, lipides, eau », F. Lachampt et R.M. Vila, Revue Française des corps gras (1969), 2, 87-111 ou dans « the aqueous phase behavior of surfactants », Robert G. Laughlin Academic press, (1996)-p. 521-546.

### Système tensioactif

Le système tensioactif utilisé dans la composition de l'invention et permettant d'obtenir l'apparition d'une phase paracristalline lors d'un chauffage à au moins 30°C, comprend de préférence au moins un tensioactif hydrosoluble et au moins un tensioactif insoluble dans l'eau.

On entend par « hydrosoluble » un tensioactif qui à une concentration de 20 g/l dans l'eau permute à une température d'environ 25°C, donne une solution isotrope transparente.

On entend à l'inverse par « tensioactif insoluble dans l'eau » un tensioactif qui à une concentration de 20 g/l dans l'eau permute à une température d'environ 25°C, donne une solution trouble indiquant la non solubilisation du tensioactif dans l'eau.

### Tensioactifs hydrosolubles

On peut utiliser tout tensioactif soluble dans l'eau. Il s'agit de préférence de tensioactifs moussants, c'est-à-dire aptes à mousser en présence d'eau. Ce sont principalement des dérivés anioniques, non ioniques ou amphotères possédant des chaînes grasses suffisamment courtes pour que ces produits soient bien solubles à température ambiante dans le milieu solvant aqueux de la composition. On peut utiliser un tensioactif hydrosoluble ou un mélange de tels tensioactifs.

Comme tensioactifs hydrosolubles, on peut citer par exemple :

1. les tensioactifs anioniques

Selon un mode particulier de réalisation de l'invention, le système tensioactif utilisé comprend de préférence au moins un tensioactif anionique hydrosoluble, et plus particulièrement au moins un acide carboxylique ou un sel d'acide carboxylique hydrosoluble. Les acides carboxyliques pouvant être utilisés sont des acides gras, comportant une chaîne alkyle linéaire ou ramifiée, saturée ou insaturée, ayant de 6 à 16 atomes de carbone et de préférence 10 à 14 atomes de carbone. Les sels de tels acides gras constituent des savons. Le fait qu'un savon soit hydrosoluble ou non dépend à la fois de la longueur de la chaîne alkyle et du contre-ion constituant le sel. Comme sels, on peut utiliser par exemple les sels alcalins, les sels alcalino-terreux, les sels d'ammoniaque, les sels d'aminoalcools et les sels d'aminoacides, et notamment les sels de sodium, de potassium, de magnésium, de triéthanolamine, de N-méthylglucamine, de lysine et d'arginine. L'acide carboxylique peut être en particulier l'acide laurique ou l'acide myristique.

Comme savon hydrosoluble, on peut citer par exemple les sels de potassium des acides gras en C10 à C14, et notamment le sel de potassium de l'acide laurique et le sel de potassium de l'acide myristique.

Comme autres tensioactifs anioniques pouvant être utilisés dans la composition de l'invention comme tensioactif hydrosoluble, on peut citer par exemple les acides carboxyliques éthoxylés et leurs sels ; les sarcosinates et acylsarcosinates et leurs sels tels que le lauroyl sarcosinate de sodium ; les taurates et méthyltaurates et leurs sels ; les iséthionates et acyl iséthionates, produits de réaction d'acides gras comportant de 10 à 22 atomes de carbone, avec l'acide isethionique, et leurs sels tels que l'iséthionate de sodium et le cocoyl-iséthionate de sodium ; les sulfosuccinates et leurs sels ; les alkylsulfates et alkyléthersulfates et leurs sels, notamment le laurylsulfate de sodium ou de triéthanolamine, et le lauryléther sulfate de sodium ou de potassium ; les monoalkyl- et dialkylesters d'acide phosphorique et leurs sels, tels que par exemple le mono- et dilauryl phosphate de sodium, le mono- et dilauryl phosphate de potassium, le mono- et dilauryl phosphate de triéthanolamine, le mono- et dimyristyl phosphate de sodium, le mono- et dimyristyl phosphate de potassium, le mono- et dimyristyl phosphate de diéthanolamine, le mono- et dimyristyl phosphate de triéthanolamine ; les alkane sulfonates et leurs sels ; les sels biliaires tels que les cholates, déoxycholates, taurocholates, taurodéoxycholates ; les lipoaminoacides et leurs sels tels que les acylglutamates mono- et di-sodiques ; les tensioactifs géminés, bipolaires, tels que décrits dans Surfactant Science series, vol.74 édité par Krister Homberg.

2. Tensioactifs amphotères et zwitterioniques

Comme tensioactifs amphotères ou zwitterioniques susceptibles d'être utilisés comme tensioactifs hydrosolubles, on peut citer par exemple les bétaines tels que la diméthylbétaine, la coco-bétaine et la coco-amidopropylbétaine ; les

sulfobétaïnes tels que la coco-amidopropylhydroxysultaïne ; les alkylampho-acétates tels que cocoamphodiacétate ; et leurs mélanges.

5    3. Tensioactifs non ioniques

Comme tensioactifs non ioniques susceptibles d'être utilisés comme tensioactifs hydrosolubles, on peut citer par exemple les éthers de polyols, comportant des chaînes grasses (8 à 30 atomes de carbone), tels que les éthers gras de sorbitol ou de glycéryle oxyéthylénés ; les éthers et esters de polyglycérol ; les alcools gras polyoxyéthylénés qui sont des éthers formés d'unités d'oxyde d'éthylène et d'au moins une chaîne d'alcool gras ayant de 10 à 22 atomes de carbone, dont la solubilité dépend du nombre d'oxyde d'éthylène et de la longueur de la chaîne grasse ; par exemple, pour une chaîne grasse comportant 12 atomes de carbone, le nombre d'oxyde d'éthylène doit être supérieur à 7, et à titre d'exemple d'alcools gras polyoxyéthylénés, on peut citer les éthers d'alcool laurylique comportant plus de 7 groupes oxyéthylénés ; les alkyl polyglucosides dont le groupe alkyle comporte de 1 à 30 atomes de carbone, comme par exemple le décylglicoside, le laurylglicoside, le cétostéarylglucoside, le cocoyl-glucoside ; les alkyl glucopyranosides et alkylthioglucopyranosides ; les alkyl maltosides ; les alcoyl N méthylglucamide. ; les esters de sorbitan polyoxyéthylénés qui comportent généralement de 1 à 100 unités d'éthylène glycol et de préférence de 2 à 40 unités d'oxyde d'éthylène (OE) ; les esters d'aminoalcools ; et leurs mélanges.

25    Le système tensioactif utilisé dans la composition de l'invention comprend une teneur en tensioactif(s) hydrosoluble(s) pouvant aller par exemple de 10 à 50 % en poids (en matière active), de préférence de 15 à 35 % en poids par rapport au poids total de la composition. Selon un mode préféré de réalisation de l'invention, le système tensioactif dans la composition de l'invention comprend au moins 15 % en poids et de préférence au moins 20 % en poids de tensioactif(s) hydrosoluble(s) par rapport au poids total de la composition.

30    Tensioactifs insolubles dans l'eau

35    Les tensioactifs insolubles dans l'eau apportent notamment la texture (consistance) de la composition finale. Par ailleurs, dans la plage de température comprise entre environ 25°C et 45°C, ces tensioactifs s'associent en partie avec les tensioactifs hydrosolubles pour contribuer à la formation de la phase paracristalline (de préférence hexagonale directe) qui est à l'origine de la stabilité du produit jusqu'à au moins 45°C.

40    Comme tensioactifs insolubles dans l'eau utilisés dans la composition selon l'invention, on peut citer notamment les acides carboxyliques et leurs sels insolubles dans l'eau, et donc les savons insolubles dans l'eau, c'est-à-dire les sels d'acides carboxyliques, comportant une chaîne alkyle linéaire ou ramifiée, saturée ou insaturée, ayant de 6 à 30 atomes de carbone et de préférence 12 à 22 atomes de carbone. Pour les dérivés comportant une seule chaîne grasse saturée, la chaîne comprend avantageusement de 12 à 32 atomes de carbone, de préférence de 14 à 22 atomes de carbone et mieux de 16 à 20 atomes de

carbone. Pour les dérivés comportant une chaîne grasse monoinsaturée ou polyinsaturée ou ramifiée, la chaîne comprend avantageusement de 16 à 34 atomes de carbone et de préférence de 18 à 24 atomes de carbone.

5 Comme acide carboxylique, on peut citer notamment l'acide palmitique et l'acide stéarique.

10 Comme sels, on peut utiliser les sels alcalins, les sels alcalino-terreux, les sels d'ammoniaque, les sels d'aminoalcools et les sels d'aminoacides, et notamment les sels de sodium, de potassium, de magnésium, de triéthanolamine, de N-méthylglucamine, de lysine et d'arginine.

15 On peut citer par exemple comme savon insoluble, le sel de sodium des acides gras en C12 à C22 et le sel de potassium des acides gras en C16 à C22, et notamment le sel de potassium de l'acide palmitique et le sel de potassium de l'acide stéarique.

20 Comme autres tensioactifs pouvant être utilisés dans la composition de l'invention comme tensioactif insoluble, on peut citer par exemple les tensioactifs insolubles non ioniques ou anioniques, comme les esters de glycéryle et d'acides gras comportant de 14 à 30 atomes de carbone, tels que le stéarate de glycéryle ; les 25 dérivés de stérols et de phytostérols éventuellement oxyéthylénés ; les sels alcalins du cholestérol sulfate, et en particulier le sel de sodium ; les sels alcalins du cholestérol phosphate, et en particulier le sel de sodium ; les alcools gras polyoxyéthylénés comportant une chaîne oxyéthylénée ayant un petit nombre de 30 groupes oxyéthylénés, et en particulier moins de 10 groupes oxyéthylénés ; les dialkylphosphates tels que les sels alcalins du dicétylphosphate, et en particulier les sels de sodium et de potassium ; les sels alcalins du dimyristylphosphate, et en particulier les sels de sodium et de potassium ; les lécithines ; les sphingomyélines ; les céramides et leurs mélanges.

35 Le système tensioactif utilisé dans la composition de l'invention comprend de préférence une teneur en tensioactif(s) insoluble(s) dans l'eau allant de 5 à 50 % (en matière active), et de préférence de 5 à 30 % en poids par rapport au poids total de la composition.

40 Le système tensioactif (tensioactifs hydrosolubles et insolubles) est présent dans la composition de l'invention en une quantité, en matière active, pouvant aller par exemple de 20 à 65 % en poids, et va de préférence de 30 à 65 % en poids et mieux de 40 à 60 % en poids par rapport au poids total de la composition. De 45 préférence, le système tensioactif comprend une quantité de savon(s) hydrosoluble(s) d'au moins 10 % en poids par rapport au poids total de la composition, et une quantité totale de savons (hydrosolubles et insolubles) de préférence d'au moins 20 % en poids par rapport au poids total de la composition et allant de préférence de 30 à 40 % en poids par rapport au poids total de la composition.

Le milieu aqueux des crèmes moussantes de l'invention peut contenir, outre l'eau, un ou plusieurs solvants choisis parmi les alcools inférieurs comportant de 1 à 6 atomes de carbone, tels que l'éthanol ; les polyols tels que la glycérine ; les glycols comme le butylène glycol, l'isoprène glycol, le propylène glycol, les 5 polyéthylène glycols tels que le PEG-8 ; le sorbitol ; les sucres tels que le glucose, le fructose, le maltose, le lactose, le sucrose ; et leurs mélanges. La quantité de solvant(s) dans la composition de l'invention peut aller de 0,5 à 30 % en poids et de préférence de 5 à 20 % en poids par rapport au poids total de la composition.

10 Pour obtenir des compositions plus ou moins fluides, on peut incorporer dans les compositions de l'invention un ou plusieurs agents épaississants, notamment des polymères, dans des concentrations préférentielles allant de 0,05 à 2 % en poids par rapport au poids total de la composition.

15 On peut citer comme exemples d'épaississants :

- les biopolymères polysaccharidiques comme la gomme de xanthane, la gomme de guar, les alginates, les celluloses modifiées ;
- les polymères synthétiques tels que les polyacryliques comme le CARBOPOL 980 commercialisé par la société GOODRICH, les copolymères 20 acrylate/acrylonitrile tels que le HYPAN SS201 commercialisé par la société KINGSTON ;
- les épaississants inorganiques tels que les smectites, les hectorites modifiées ou non telles que les produits BENTONE commercialisés par la société RHEOX, les produits LAPONITE commercialisés par la société SOUTHERN CLAY 25 PRODUCTS, le produit VEEGUM HS commercialisé par la société R.T. VANDERBILT ;
- leurs mélanges.

30 Les compositions selon l'invention constituent des crèmes plus ou moins fluides, dont les modules  $|G^*|$  ont, à la température de 25°C, des valeurs allant de  $10^2$  à  $10^5$  Pa et des angles de perte  $\delta$  allant de 10 à 45° pour des fréquences allant de  $10^{-2}$  à 10 Hz.

35  $|G^*|$  et  $\delta$  sont les paramètres viscoélastiques utilisés pour mesurer les propriétés physiques des fluides viscoélastiques comme expliqué dans « An introduction to rheology » de H.A. BARNES, J.F. HUTTON, K. WALTERS, pages 46 à 54, (Ed. Elsevier - 1989).

40  $|G^*|$  est le module du module complexe  $G^*$  (complex modulus) et  $\delta$  est l'angle de perte (loss angle).  $G'$  et  $G''$  sont les composantes de  $G^*$  :  $G^* = G' + iG''$ .  $G'$  et  $G''$  sont respectivement le module de conservation (storage modulus) et le module de perte (loss modulus) et  $i$  est égal à  $(-1)^{1/2}$ . Les composantes  $G'$  et  $G''$  du module complexe sont obtenues à partir de la relation entre la contrainte sinusoïdale (oscillatory stress) et la déformation sinusoïdale (oscillatory strain).

45 Les mesures rhéologiques de  $|G^*|$  et  $\delta$  sont effectuées généralement en utilisant un Rhéomètre Haake RS150, à la température de 25°C, avec des corps de mesure de géométrie cône – plan, le diamètre du cône et la dimension du plan

étant de 60 mm et l'angle du cône de 2° et l'entrefer entre le cône et le plan étant de 0,1 mm.

5 Pour faire des mesures dynamiques de viscoélasticité (oscillatory measurements), on détermine d'abord le domaine viscoélastique linéaire, en soumettant l'échantillon à des contraintes sinusoïdales d'amplitudes croissantes et de fréquence constante. Les modules sont reportés en fonction de l'amplitude de la contrainte (amplitude of stress) ou de l'amplitude de la déformation (strain) afin de déterminer les limites du domaine viscoélastique linéaire. Après avoir identifié le 10 domaine viscoélastique linéaire, des mesures dynamiques sont réalisées dans la zone viscoélastique linéaire, pour une valeur de déformation constante située dans le domaine viscoélastique linéaire et à fréquence variable. Le rhéomètre Haake RS150 peut couvrir une gamme de fréquences variant de 0,01 to 10 Hz (soit 0,063 to 62,8 rad/sec).

15 A partir des valeurs des amplitudes de la contrainte  $\tau_0$ , de la déformation  $\gamma_0$ , ainsi qu'à partir du déphasage  $\delta$ , on établit les relations suivantes :

$$|G^*| = \frac{\tau_0}{\gamma_0}$$

$$G' = |G^*| \cos \delta$$

20  $G'' = |G^*| \sin \delta$

$$G^* = G' + iG''$$

Les compositions de l'invention peuvent contenir aussi des adjuvants habituellement utilisés dans le domaine des nettoyants moussants comme les 25 polymères cationiques du type polyquaternium, qui apportent douceur et onctuosité à la crème moussante. Ces polymères cationiques peuvent être choisis de préférence parmi les polymères suivants :

- Polyquaternium 5 tel que le produit MERQUAT 5 commercialisé par la société CALGON ;
- 30 ○ Polyquaternium 6 tel que le produit SALCARE SC 30 commercialisé par la société CIBA, et le produit MERQUAT 100 commercialisé par la société CALGON ;
- Polyquaternium 7 tel que les produits MERQUAT S, MERQUAT 2200 et MERQUAT 550 commercialisés par la société CALGON, et le produit SALCARE SC 10 commercialisé par la société CIBA ;
- 35 ○ Polyquaternium 10 tel que le produit Polymer JR400 commercialisé par la société AMERCHOL ;
- Polyquaternium 11 tel que les produits GAFQUAT 755, GAFQUAT 755N et GAFQUAT 734 commercialisés par la société ISP ;
- 40 ○ Polyquaternium 15 tel que le produit ROHAGIT KF 720 F commercialisé par la société ROHM ;
- Polyquaternium 16 tel que les produits LUVIQUAT FC905, LUVIQUAT FC370, LUVIQUAT HM552 et LUVIQUAT FC550 commercialisés par la société BASF ;
- 45 ○ Polyquaternium 22 tel que le produit MERQUAT 280 commercialisé par la société CALGON ;

- Polyquaternium 28 tel que le produit STYLEZE CC10 commercialisé par la société ISP ;
- Polyquaternium 39 tel que le produit MERQUAT PLUS 3330 commercialisé par la société CALGON ;
- 5 • Polyquaternium 44 tel que le produit LUVIQUAT CARE commercialisé par la société BASF ;
- Polyquaternium 46 tel que le produit LUVIQUAT HOLD commercialisé par la société BASF ;
- 10 • Polyquaternium 47 tel que le produit MERQUAT 2001 commercialisé par la société CALGON.

On peut aussi utiliser comme polymère cationique les guars cationiques telles que le produit JAGUAR commercialisé par la société RHODIA.

- 15 En outre, les compositions de l'invention peuvent contenir des adjuvants habituellement utilisés dans le domaine cosmétique, choisis parmi les parfums, les conservateurs, les séquestrants (EDTA), les pigments, les nacres, les charges minérales ou organiques telles que le talc, le kaolin, les poudres de silice ou de polyéthylène, les colorants solubles, les filtres solaires. Les quantités de ces 20 différents adjuvants sont celles classiquement utilisées dans le domaine considéré, et par exemple de 0,01 à 20 % du poids total de la composition. Ces adjuvants ainsi que leurs concentrations doivent être tels qu'ils ne modifient pas la propriété recherchée pour la composition de l'invention.
- 25 Les compositions selon l'invention peuvent constituer notamment des crèmes moussantes pour application topique, utilisées en particulier dans les domaines cosmétique ou dermatologique, comme produits de nettoyage ou de démaquillage de la peau (corps ou visage y compris yeux), du cuir chevelu et/ou des cheveux. Une composition à usage topique contient un milieu physiologiquement 30 acceptable, c'est-à-dire compatible avec la peau, les muqueuses, le cuir chevelu, les yeux et/ou les cheveux. Elle peut constituer plus particulièrement une composition de nettoyage de la peau.

35 Un autre objet de l'invention consiste en l'utilisation cosmétique de la composition telle que définie ci-dessus, comme produits de nettoyage et/ou de démaquillage de la peau, du cuir chevelu et/ou des cheveux.

40 Un autre objet de l'invention consiste en un procédé cosmétique de nettoyage de la peau, du cuir chevelu et/ou des cheveux, caractérisé par le fait qu'on applique la composition de l'invention, sur la peau, sur le cuir chevelu et/ou sur les cheveux, en présence d'eau, et qu'on élimine la mousse formée et les résidus de salissure par rinçage à l'eau.

45 Les exemples qui suivent servent à illustrer l'invention sans toutefois présenter un caractère limitatif. Les quantités indiquées sont en % en poids sauf mention contraire.

Exemple selon l'invention : crème moussante de nettoyage de la peau

	- Conservateur	0,4	%
	- Tétrrasodium EDTA	0,2	%
5	- Hydroxyde de potassium	7	%
	- glycérine	7	%
	- PEG-8	3	%
10	- Acide laurique	20	%
	- Acide myristique	3	%
	- Acide palmitique	3	%
	- Acide stéarique	5	%
	- Glycéryl stéarate SE	2	%
	- cocoyl-glucoside (à 50 % en matière active) (soit 1 % de matière active)		
15	- Eau	qsp	100 %

Mode opératoire : La phase aqueuse constituée des ingrédients hydrosolubles (eau, conservateurs, EDTA, glycérine, PEG8) est portée à 80°C. La phase grasse constituée des acides gras et du glycéryl stéarate est chauffée et ajoutée sous agitation à la phase aqueuse. Le cocoyl glucoside est ensuite additionné puis la potasse solubilisée dans une partie de l'eau. L'agitation est maintenue 10 minutes à 80°C, puis l'ensemble est refroidi sous agitation.

25 Les tensioactifs hydrosolubles constitués des sels de potassium des acides laurique et myristique, et du cocoyl-glucoside représentent 29,5 % de la composition, tandis que les tensioactifs insolubles dans l'eau, constitués des sels de potassium des acides palmitique et stéarique et du glycéril stéarate représentent 12,5 % de la composition. La composition contient ainsi au total 30 42 % de tensioactifs dont 36 % de savons (KOH + acides laurique, myristique, palmitique et stéarique). Les savons hydrosolubles représentent 28,5 % du poids de la composition.

35 La composition obtenue a l'aspect d'une crème blanche à température ambiante ; elle se transforme en gel translucide extrêmement visqueux entre 35 et 40°C ; ce gel existe jusqu'à 75-80°C, température à laquelle la composition se fluidifie. Revenu à température ambiante de 25°C, ce gel a de nouveau l'aspect d'une crème homogène.

La stabilité de cette crème est parfaite à 4°C, à la température ambiante et à 45°C pendant au moins deux mois.

### Caractérisation :

45 - A 25°C, la crème est constituée d'une phase micellaire qui a pu être isolée par centrifugation (pendant une heure à 64 000 g, soit à 30 000 tours/minute, avec une centrifugeuse 3K30 Sigma équipée d'un rotor 1210) et d'une phase cristalline. La phase micellaire est transparente, fluide et non biréfringente en lumière polarisée, en diffraction des rayons-X. Cette phase conduit à une raie large aux

petits angles centrée autour d'une distance  $d = 49,8 \text{ \AA}$  et à une bande aux grands angles centrée autour d'une distance  $d = 4,64 \text{ \AA}$ .

Sur la base des mesures réalisées sur la crème complète, la phase cristalline présente une température de fusion :  $T_m = 42^\circ\text{C}$  en DSC et est caractérisée en diffraction des rayons-X par 3 raies fines aux petits angles correspondant à des distances  $d = 42,7; 21,4$  et  $14,2 \text{ \AA}$  et 7 raies fines aux grands angles à  $d = 4,37; 4,27; 4,19; 3,92; 3,68; 3,35$  et  $3,07 \text{ \AA}$ .

- A  $35^\circ\text{C}$ , la crème est homogène à l'échelle macroscopique et constituée du mélange d'une phase hexagonale caractérisée en diffraction des rayons-X par 2 raies fines aux petits angles correspondant à des distances  $d = 48,7$  et  $24,3 \text{ \AA}$  et une phase cristalline caractérisée par 3 raies fines aux petits angles à  $d = 42,0; 21,0$  et  $14,0 \text{ \AA}$  et 3 raies fines aux grands angles à  $d = 4,29; 3,92$  et  $3,09 \text{ \AA}$ .

- A  $45^\circ\text{C}$ , la crème est homogène à l'échelle macroscopique et constituée d'un mélange contenant une phase hexagonale caractérisée en diffraction des rayons-X par 2 raies fines aux petits angles correspondant à des distances  $d = 49,6$  et  $28,7 \text{ \AA}$  et une phase lamellaire fluide caractérisée par 1 raie fine aux petits angles à  $d = 45,0$ . Aux grands angles on observe une bande centrée autour de  $4,60 \text{ \AA}$  en accord avec la présence de phases para-cristallines.

- A  $55^\circ\text{C}$ , la crème est homogène à l'échelle macroscopique et constituée d'un mélange contenant une phase hexagonale caractérisée en diffraction des rayons-X par 2 raies fines aux petits angles correspondant à des distances  $d = 47,7$  et  $27,5 \text{ \AA}$  et d'une phase lamellaire fluide caractérisée par 1 raie faible fine aux petits angles à  $d = 36,5 \text{ \AA}$ . Aux grands angles on observe une bande centrée autour de  $4,70 \text{ \AA}$  en accord avec la présence de phases paracristallines.

30

Exemple comparatif :

	- Conservateur	0,4	%
	- Tétrrasodium EDTA	0,2	%
35	- Hydroxyde de potassium	4	%
	- Glycérine	7	%
	- PEG-8	7	%
	- Acide laurique	3	%
	- Acide myristique	3	%
40	- Acide palmitique	8,7	%
	- Acide stéarique	8,7	%
	- Glycéryl stéarate SE	0,75	%
	- Lauroyl sarcosinate de sodium (à 30 % en matière active) (soit environ 7 % de matière active)	21,8	%
45	- Eau	qsp 100	%

Le mode opératoire est le même que dans l'exemple 1.

Les tensioactifs hydrosolubles constitués des sels de potassium des acides laurique et myristique, et du lauroyl sarcosinate de sodium représentent 14 % de la composition, tandis que les tensioactifs insolubles dans l'eau, constitués des sels de potassium des acides palmitique et stéarique et du glyceryl stéarate 5 représentent 21,15 % de la composition. La composition contient donc 35,15 % de tensioactifs dont 27,4 % de savons (KOH + acides laurique, myristique, palmitique et stéarique). Les savons hydrosolubles représentent 7 % en poids de la composition.

10 La composition obtenue a l'aspect d'une crème blanche à température ambiante. Cette composition est bien stable à 4°C, mais elle est instable à 45°C où elle se sépare en deux phases. Revenue à la température ambiante, elle est hétérogène.

15 - A 25°C, la crème est constituée d'une phase micellaire qui a pu être isolée par centrifugation (pendant une heure à 64 000 g, soit à 30 000 tours/minute avec une centrifugeuse 3K30 Sigma équipée d'un rotor 1210) et d'une phase cristalline.

20 La phase micellaire est transparente, fluide et non biréfringente en lumière polarisée. En diffraction des rayons-X cette phase conduit à une raie large aux petits angles centrée autour d'une distance  $d = 50,0 \text{ \AA}$  et à une bande aux grands angles centrée autour d'une distance  $d = 4,53 \text{ \AA}$ .

25 Sur la base des mesures réalisées sur la crème complète, la phase cristalline présente une température de fusion :  $T_m = 45^\circ\text{C}$  en DSC et est caractérisée en diffraction des rayons-X par 5 raies fines aux petits angles correspondant à des distances  $d = 49,0; 24,1; 16,0; 12,2$  et  $9,64 \text{ \AA}$  et 6 raies fines aux grands angles à  $d = 4,37; 4,28; 4,20; 3,94; 3,66$  et  $3,08 \text{ \AA}$ .

30 - A 50°C, il se produit une démixtion macroscopique de la crème en deux phases : Une phase supérieure de type lamellaire fluide qui présente en lumière polarisée une texture caractéristique de type : « Croix de Malte » et conduit en diffraction des rayons-X à une raie fine aux petits angles à  $43,3 \text{ \AA}$  et à une bande aux grands angles centrée autour de  $4,78 \text{ \AA}$ .

35 Une phase inférieure de type solution micellaire, qui est fluide, transparente et non biréfringente en lumière polarisée et caractérisée en diffraction des rayons-X par une raie diffuse aux petits angles à  $d = 58,0 \text{ \AA}$  et une bande aux grands angles centrée autour de  $4,80 \text{ \AA}$ .

40 La différence essentielle entre la composition de l'exemple selon l'invention et la composition de l'exemple comparatif porte sur l'aspect macroscopique au-delà de 45°C : la composition selon l'invention donne un système homogène alors que la composition de l'exemple comparatif aboutit à une démixtion.

45 Pour la composition selon l'invention de l'exemple 1, le système est constitué au-delà de 45°C, d'une phase lamellaire en mélange avec une phase hexagonale directe dont la forte viscosité permet d'éviter la démixtion macroscopique.

Pour la composition de l'exemple comparatif, le système est constitué au-delà de 45°C, d'une phase lamellaire en mélange avec une phase micellaire dont la faible viscosité ne permet pas d'éviter la démixtion macroscopique, aboutissant à une composition hétérogène après retour à la température ambiante.

## .REVENDICATIONS

1. Composition moussante pour application topique, contenant dans un milieu aqueux, un système tensioactif tel qu'au moins une phase paracristalline de type hexagonale directe et/ou cubique apparaisse quand la température augmente au-delà de 30°C et que cette phase paracristalline reste présente jusqu'à au moins 45°C.
2. Composition selon la revendication 1, caractérisée en ce que la phase paracristalline comprend au moins une phase hexagonale directe.
3. Composition selon la revendication 1 ou 2, caractérisée en ce qu'elle a un module  $|G^*|$  allant, à la température de 25°C, de  $10^2$  à  $10^5$  Pa et un angle de perte  $\delta$  allant de 10 à 45° pour des fréquences allant de  $10^{-2}$  à 10 Hz.
4. Composition selon l'une quelconque des revendications précédentes, caractérisée en ce que le système tensioactif comprend au moins un tensioactif hydrosoluble et au moins un tensioactif insoluble dans l'eau.
5. Composition selon la revendication précédente, caractérisée en ce que le système tensioactif comprend au moins un tensioactif anionique hydrosoluble.
6. Composition selon la revendication précédente, caractérisée en ce que le tensioactif anionique hydrosoluble est choisi parmi les acides carboxyliques et leurs sels, les acides carboxyliques éthoxylés et leurs sels, les sarcosinates et acylsarcosinates et leurs sels, les taurates et méthyltaurates et leurs sels, les iséthionates et acyl iséthionates et leurs sels, les sulfosuccinates et leurs sels, les alkylsulfates et alkyléthersulfates et leurs sels, les monoalkyl- et dialkylesters d'acide phosphorique et leurs sels, les alkane sulfonates et leurs sels, les sels biliaires, les lipoaminoacides et leurs sels, les tensioactifs géminés et leurs mélanges.
7. Composition selon la revendication 4, caractérisée en ce que le tensioactif hydrosoluble est un tensioactif amphotère ou zwitterionique choisi parmi les bétaines, les sulfobétaines, les alkylamphoacétates et leurs mélanges.
8. Composition selon la revendication 4, caractérisée en ce que le tensioactif hydrosoluble est un tensioactif non ionique choisi parmi les éthers de polyols, les alkyl éthers et esters de polyglycérol, les alcools gras polyoxyéthylénés, les alkyl polyglucosides, les alkyl glucopyranosides et alkylthioglucopyranosides, les alkyl maltosides, les alcoyl N méthylglucamide, les esters de sorbitan polyoxyéthylénés, les esters d'aminoalcohols et leurs mélanges.
9. Composition selon la revendication 4, caractérisée en ce que le tensioactif insoluble dans l'eau est choisi parmi les acides carboxyliques et leurs sels ; les esters de glycéryle et d'acides gras ; les dérivés de stérols et de phytostérols éventuellement oxyéthylénés ; les sels alcalins du cholestérol sulfate ; les sels alcalins du cholestérol phosphate ; les alcools gras polyoxyéthylénés ; les

dialkylphosphates ; les lécithines ; les sphingomyélines ; les céramides et leurs mélanges.

- 5 10. Composition selon l'une quelconque des revendications précédentes, caractérisée en ce que le système tensioactif est présent en une quantité, en matière active, allant de 20 à 65 % en poids par rapport au poids total de la composition.
- 10 11. Composition selon l'une quelconque des revendications précédentes, caractérisée en ce que le système tensioactif comprend de 10 à 50 % en poids de tensioactif(s) hydrosoluble(s) par rapport au poids total de la composition.
- 15 12. Composition selon l'une quelconque des revendications précédentes, caractérisée en ce que le système tensioactif comprend au moins 15 % en poids de tensioactif(s) hydrosoluble(s) par rapport au poids total de la composition.
- 20 13. Composition selon l'une quelconque des revendications précédentes, caractérisée en ce que le système tensioactif comprend au moins 10 % en poids de savon(s) hydrosoluble(s) par rapport au poids total de la composition.
- 25 14. Composition selon l'une quelconque des revendications précédentes, caractérisée en ce que le système tensioactif comprend de 5 à 50 % en poids de tensioactif(s) insoluble(s) dans l'eau par rapport au poids total de la composition.
- 30 15. Composition selon l'une quelconque des revendications précédentes, caractérisée en ce que le système tensioactif comprend une quantité totale de savons d'au moins 20 % en poids par rapport au poids total de la composition.
- 35 16. Composition selon l'une quelconque des revendications précédentes, caractérisée en ce qu'elle comprend au moins un solvant choisi parmi les alcools inférieurs ; les polyols ; les sucres et leurs mélanges.
17. Composition selon l'une quelconque des revendications précédentes, caractérisée en ce qu'elle comprend au moins un agent épaississant.
- 40 18. Composition selon l'une quelconque des revendications précédentes, caractérisée en ce qu'elle constitue une composition de nettoyage de la peau.
19. Utilisation cosmétique d'une composition selon l'une quelconque des revendications 1 à 17, comme produits de nettoyage et/ou de démaquillage de la peau, du cuir chevelu et/ou des cheveux.
- 45 20. Procédé cosmétique de nettoyage de la peau, du cuir chevelu et/ou des cheveux, caractérisé en ce qu'on applique la composition selon l'une quelconque des revendications 1 à 17, sur la peau, sur le cuir chevelu et/ou sur les cheveux, en présence d'eau, et qu'on élimine la mousse formée et les résidus de salissure par rinçage à l'eau.

OBLON, SPIVAK, MCCLELLAND, MAIER & NEUSTADT, P.C.  
ATTORNEYS AT LAW  
FOURTH FLOOR  
1755 JEFFERSON DAVIS HIGHWAY  
ARLINGTON, VIRGINIA 22202 U.S.A.

Docket No. 209310 USD